

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

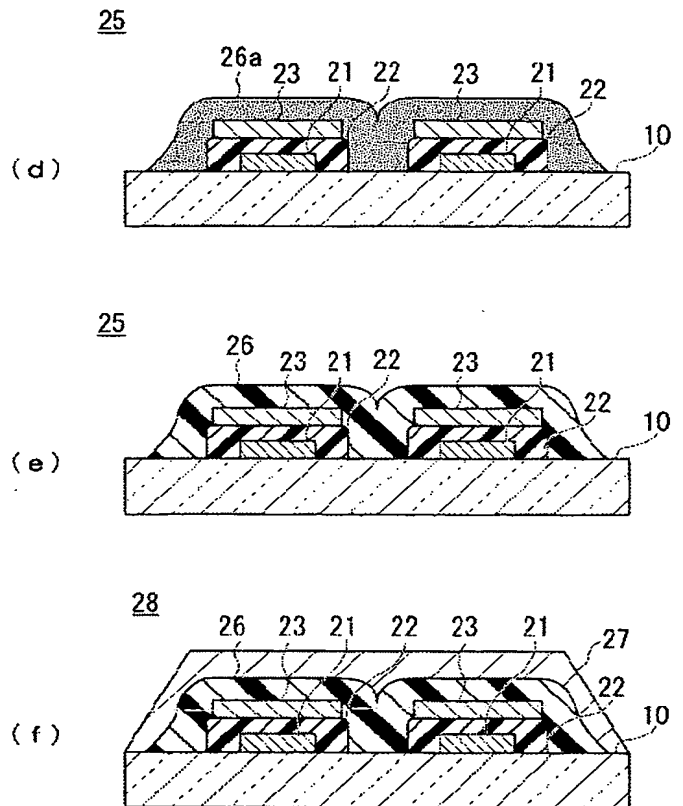
PUBLICATION NUMBER : 2004103442
PUBLICATION DATE : 02-04-04
APPLICATION DATE : 11-09-02
APPLICATION NUMBER : 2002265008

APPLICANT : ULVAC JAPAN LTD;

INVENTOR : ISHIBASHI AKIRA;

INT.CL. : H05B 33/04 H05B 33/10

TITLE : ORGANIC ELECTROLUMINESCENT
ELEMENT AND METHOD FOR
MANUFACTURING THE SAME



ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an organic electroluminescent (EL) element and a method for manufacturing the same, which enable the element to have an extended service life by reliably preventing the entry of water even without the sealing of glass or the like.

SOLUTION: The organic EL element 28 has a plurality of protection layers for protecting a light emitting part 24 provided on a substrate 10. The protection layer has a buffer layer 26 provided on the light emitting part 24 and a barrier layer 27 provided on the buffer layer 26. The buffer layer 26 comprises a polyurea film obtained by vapor deposition polymerization. The barrier layer 27 comprises an insulating material or metal material. Examples of the insulating material used for the barrier layer 27 include SiN_x , SiO_x , SiON , GeO , and Al_2O_3 . Examples of the metal material include Al , Au and Ag .

COPYRIGHT: (C)2004,JPO

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-103442

(P2004-103442A)

(43) 公開日 平成16年4月2日(2004. 4. 2)

(51) Int. Cl.⁷H05B 33/04
H05B 33/10

F1

H05B 33/04
H05B 33/10

テーマコード(参考)

3K007

審査請求 未請求 請求項の数 7 OL (全 13 頁)

(21) 出願番号
(22) 出願日特願2002-265008 (P2002-265008)
平成14年9月11日(2002. 9. 11)

(71) 出願人 000231464
株式会社アルバック
神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地

(74) 代理人 100106666
弁理士 阿部 英樹

(74) 代理人 100102875
弁理士 石島 茂男

(72) 発明者 浮島 禎之
千葉県山武郡山武町横田523 株式会社
アルバック千葉超材料研究所内

(72) 発明者 竹井 日出夫
千葉県山武郡山武町横田523 株式会社
アルバック千葉超材料研究所内

最終頁に続く

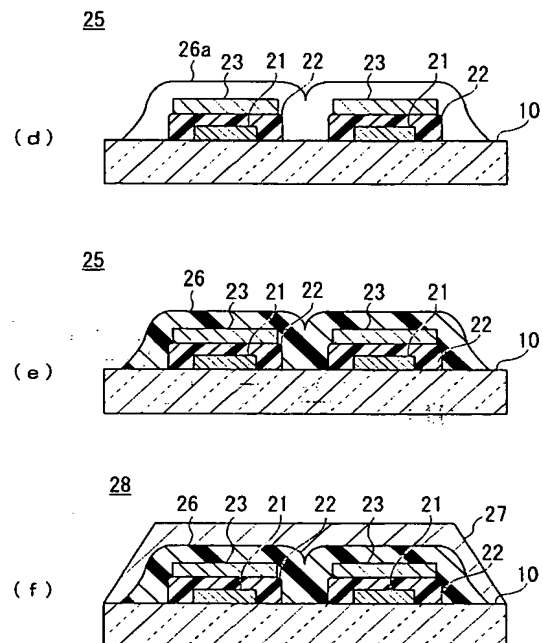
(54) 【発明の名称】 有機EL素子及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 ガラス等による封止を行うことなく、水分の侵入を確実に防止して長寿命化を図ることが可能な有機EL素子及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 本発明の有機EL素子28は、基板10上に設けられた発光部24を保護するための複数の保護層を有する。保護層は、発光部24上に設けられるパフ層26と、このパフ層26上に設けられるバリア層27とを有する。パフ層26は、蒸着重合によるポリ尿素膜からなる。バリア層27は、絶縁材料又は金属材料からなる。バリア層27の絶縁材料としては、SiNx、SiOx、SiON、GeO、Al₂O₃等を用いることができる。金属材料としては、Al、Au、Ag等を用いることができる。

【選択図】 図4



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

基板上にアノード電極、有機材料層及びカソード電極を有する発光部が設けられた有機ＥＬ素子であって、

前記発光部を保護するための複数の保護層を有し、

前記保護層が、前記発光部上に設けられるバッファ層と、前記バッファ層上に設けられるバリア層とを有する有機ＥＬ素子。

【請求項 2】

前記バッファ層が、蒸着重合による有機材料膜からなる請求項 1 記載の有機ＥＬ素子。

【請求項 3】

前記バッファ層が、ポリ尿素膜からなる請求項 2 記載の有機ＥＬ素子。

【請求項 4】

前記バリア層が、絶縁材料からなる請求項 1 乃至 3 のいずれか 1 項記載の有機ＥＬ素子。

【請求項 5】

前記バリア層が、金属材料からなる請求項 1 乃至 3 のいずれか 1 項記載の有機ＥＬ素子。

【請求項 6】

請求項 3 乃至 5 のいずれか 1 項記載の有機ＥＬ素子の製造方法であって、

原料モノマーとして、ジアミンモノマーである 4, 4'-ジアミノジフェニルメタン(MDA)と、酸成分モノマーである 4, 4'-ジフェニルメタンジイソシアナート(MDI)とを用い、蒸着重合によってポリ尿素膜からなるバッファ層を形成する工程を有する有機ＥＬ素子の製造方法。

【請求項 7】

前記ポリ尿素膜を形成した後、当該ポリ尿素膜に紫外線を照射して架橋させる工程を有する請求項 6 記載の有機ＥＬ素子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、有機ＥＬ素子及びその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

有機ＥＬ素子は水分を嫌うデバイスであるため、有機ＥＬ素子を作製する工程において、上部電極の形成後にガラスやメタル缶で封止する方法が公知技術として知られている。

【0003】

この方法においては、デバイス作製後、不活性ガス雰囲気中で、封止ガラスや封止缶をUV硬化型樹脂でデバイスガラスと貼り合わせるようにしている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、このようなキャップによる方法では、▲1▼封止プロセスが複雑でコスト高である、▲2▼基板の大型化に伴い基板の反りが大きく封止圧力の調整が難しい、▲3▼不活性ガス製造装置や雰囲気制御計測器のコストが高い、▲4▼デバイスの軽量化ができない、▲5▼UV硬化型樹脂によるシールでは気密性に限界がありデシキント(乾燥剤)が必要であるとともに、このデシキントも水分を捕捉する限界がある。

また、従来、上部電極上へ直接保護膜を形成する方法も提案されている。

【0005】

【特許文献 1】

特開平 5-89959 号公報

例えば、特開平 5-89959 号公報には、MgO、CaO 等の酸化金属を形成する方法が開示されているが、この方法においては、MgO の蒸発温度が 600℃と高いために蒸着粒子による熱ダメージで有機ＥＬ層が劣化したり、基板温度を 200～300℃にしないとバリア性のある MgO 膜が形成されないという問題がある。

10

20

30

40

50

【0006】

そして、実際の素子基板においては基板表面に凹凸が存在するため、たとえバリア性に優れた膜が作製できても蒸着やスパッタ法では段差被覆性が悪く、膜が付着しない部分から水分が優先的に進入して素子を劣化させるという問題が生じる。

【0007】

【特許文献2】

特開平5-335080号公報

また、特開平5-335080号公報には、RFプラズマCVD法による無定型シリカ膜を形成する方法が開示されているが、この方法においては、プラズマダメージを考慮しなければならぬため成膜速度を上げられず、また、特ガス設備、RF電源、除害設備等が必要のため装置コストが非常に高いという問題がある。

【0008】

【特許文献3】

特開平8-222368号公報

また、特開平8-222368号公報には、保護膜としてポリ尿素単独膜を形成する方法が開示されているが、我々は数々の研究を重ねた結果、ポリ尿素単独膜では有機EL素子の保護膜としてはバリア性が不十分であることがわかった。

【0009】

本発明は、このような従来の技術の課題を解決するためになされたもので、ガラス等による封止を行うことなく、水分の侵入を確実に防止して長寿命化を図ることが可能な有機EL素子及びその製造方法を提供することを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するためになされた請求項1記載の発明は、基板上にアノード電極、有機材料層及びカソード電極を有する発光部が設けられた有機EL素子であって、前記発光部を保護するための複数の保護層を有し、前記保護層が、前記発光部上に設けられるパッファ層と、前記パッファ層上に設けられるバリア層とを有する有機EL素子である。

請求項2記載の発明は、請求項1記載の発明において、前記パッファ層が、蒸着重合による有機材料膜からなるものである。

請求項3記載の発明は、請求項2記載の発明において、前記パッファ層が、ポリ尿素膜からなるものである。

請求項4記載の発明は、請求項1乃至3のいずれか1項記載の発明において、前記バリア層が、絶縁材料からなるものである。

請求項5記載の発明は、請求項1乃至3のいずれか1項記載の発明において、前記バリア層が、金属材料からなるものである。

請求項6記載の発明は、請求項3乃至5のいずれか1項記載の有機EL素子の製造方法であって、原料モノマーとして、ジアミンモノマーである4,4'-ジアミノジフェニルメタン(MDA)と、酸成分モノマーである4,4'-ジフェニルメタンジイソシアナート(MDI)とを用い、蒸着重合によってポリ尿素膜からなるパッファ層を形成する工程を有する有機EL素子の製造方法である。

請求項7記載の発明は、請求項6記載の発明において、前記ポリ尿素膜を形成した後、当該ポリ尿素膜に紫外線を照射して架橋させる工程を有するものである。

【0011】

本発明の場合、発光部を保護するための複数の保護層として、発光部上に設けられるパッファ層と、このパッファ層上に設けられるバリア層を有していることから、ガラス等による封止を行うことなく、水分の侵入を確実に防止して長寿命化を図ることができる。

【0012】

その結果、本発明によれば、簡素なプロセスで、軽量かつ安価の有機EL素子を提供することができる。

【0013】

また、本発明の場合、バリア層の下にパフ層が存在することから、パフ層を形成する際の熱やプラズマ等の影響が有機材料層に及ぶことがなく、蒸着、スパッタリング、CVD等によって高いバリア機能を有する保護層を形成することが可能になる。

【0014】

一方、蒸着重合膜はモノマー蒸気を基板上へ輸送し表面反応を利用して作製される膜で段差被覆性の優れているため（図5参照）、パフ層を蒸着重合により形成すれば、種々の複雑な形状の素子にも対応することが可能になる。

【0015】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態を図面を参照して詳細に説明する。

10

図1(a)は、本発明の有機EL素子の発光部を形成するための成膜装置の一例の概略構成を示すものである。

【0016】

図1(a)に示すように、この成膜装置1は、マルチチャンバー方式の枚葉式の装置であり、図示しない搬送口ボットが組み込まれているコア室2の周囲に、後述する基板10の出し入れを行うための仕込み取出室3と、基板10に対して前処理を行う前処理室4と、有機蒸着を行う有機蒸着室5、6と、電極を形成する電極形成室7とが配置され、これらはすべて図示しないゲートバルブを介して連結されている。

【0017】

また、これらコア室2、仕込み取出室3、前処理室4、有機蒸着室5及び6、電極形成室7は、図示しない真空ポンプ等を有する真空排気系に連結されている。そして、コア室2内に配置される口ボットによって基板10が仕込み取出室3、前処理室4、有機蒸着室5及び6、電極形成室7との間を自由に搬送できるようになっている。

20

【0018】

なお、本実施の形態の仕込み取出室3は、チャンバー内の真空状態を保持した状態でコア室2から取外して別の装置へ移動できるように構成されている。

【0019】

図1(b)は、本発明の有機EL素子の保護層を形成するための保護層形成装置の一例の概略構成を示すものである。

【0020】

図1(b)に示すように、この保護層形成装置11は、上記成膜装置1と同様にマルチチャンバー方式の枚葉式の装置であり、図示しない搬送口ボットが組み込まれているコア室12の周囲に、基板10を搬入するための仕込み室13と、蒸着重合を行う蒸着重合室14と、紫外線による処理を行うUV処理室15と、保護層を形成する保護層形成室16と、基板10を搬出するための取出室17とが配置され、これらはすべて図示しないゲートバルブを介して連結されている。

30

【0021】

また、これらコア室2、仕込み室13、蒸着重合室14、UV処理室15、保護層形成室16、取出室17は、図示しない真空ポンプ等を有する真空排気系に連結されており、さらに仕込み室13、蒸着重合室14、UV処理室15、保護層形成室16との間を基板10が自由に搬送できるようになっている。

40

【0022】

図2は、本実施の形態の成膜装置に用いる蒸着重合装置の概略構成を示すものである。

図2に示すように、本実施の形態においては、蒸着重合室4の上方に、2種類の原料モノマーA、Bの蒸発源40A、40Bが導入管41A、41Bを介して接続されている。

【0023】

各蒸発源40A、40Bのハウジング42A、42Bには、それぞれ蒸発用容器43A、43Bが設けられる。そして、蒸発用容器43A、43Bの内部には、ポリ尿素膜を形成するための原料モノマーA、Bとして、ジアミンモノマーと酸成分モノマーがそれぞれ注入されている。

50

【0024】

本発明の場合、ジアミンモノマーとしては、例えば、4, 4'-ジアミノジフェニルメタン(MDA)、4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル(DD E)、オルトトリジン(OTD)等を好適に用いることができる。

【0025】

これらのうちでも、MDA、DD Eは、蒸発特性及び反応性が良好である点から特に好ましいものである。

【0026】

一方、酸成分モノマーとしては、例えば4, 4'-ジフェニルメタンジイソシアナート(MDI)、脂肪族系ジイソシアナート等を好適に用いることができる。

10

【0027】

これらのうちでも、MDIは、MDAと同様に芳香族系のモノマーであって、反応性及び蒸着特性の点から特に好ましいものである。

【0028】

各蒸発用容器43A、43Bの近傍には、各原料モノマーA、Bを加熱するためのヒーター44A、44Bが設けられている。

【0029】

一方、各導入管41A、41Bの周囲にはヒーター49が巻き付けられ、これによって原料モノマーA、Bの温度を制御できるように構成されている。また、各導入管41A、41Bの途中には、各原料モノマーA、Bの供給量を調整するためのバルブ45A、45Bが設けられ、これらを開閉することにより、蒸着重合膜の形成時に所定の膜厚を形成できるようにになっている。ここで、蒸着重合膜の膜厚は、蒸着重合室4の上部に設けられた例えば半導体レーザを用いた光学モニター50によって制御される。

20

【0030】

図2に示すように、蒸着重合室4内の下部には加熱用のプレート46が設けられ、このホットプレート46上に基板10が支持される。そして、蒸着重合室4の上部には、混合槽47が設けられている。なお、本実施の形態の場合、混合槽47の内壁には、原料モノマーA、Bの蒸気を加熱するためのヒーター48が設けられている。

【0031】

次に、本発明に係る有機EL素子の製造方法の実施の形態を図1～図4を参照して説明する。

30

【0032】

本発明において有機EL素子を製造するには、まず、パターニングされたITO電極21付きの基板10(図3(a)参照)を洗浄した後、この基板10を成膜装置1の仕込み取出室3にセットする。

【0033】

そして、基板10を前処理室4へ搬送し、ITO電極21の表面に対して例えば酸素プラズマを用いて前処理を行う。

【0034】

次いで、基板10を有機蒸着室5へ搬送し、例えば4, 4'-ビス[N-(1-ナフチル)-N-フェニルアミノ]ジフェニル(以下NPBと略す)等を用いて蒸着によって所定の厚さの正孔輸送層を形成し、さらに、基板10を有機蒸着室6へ搬送し、例えば8-オキシキノリノアルミニウム錯体(以下Alq3と略す)等を用いて蒸着によって所定の厚さの発光層を形成する。

40

【0035】

これにより、図3(b)に示すように、ITO電極上に有機材料層22が形成された基板10を得る。

【0036】

さらに、基板10を電極形成室へ搬送し、例えばLiFを用いて例えば蒸着によって所定の厚さの陰極バッファ層を形成し、続いて例えばアルミニウムを用い蒸着によって陰極

50

バッファ層上に所定の厚さのカソード電極 23 を形成する。

【0037】

これにより、図 3 (c) に示すように、基板 10 上に発光部 24 が形成された有機 EL 素子本体 25 を得る。

【0038】

その後、この有機 EL 素子本体 25 を仕込み取出室 3 へ戻した後、この仕込み取出室 3 を移動させて保護膜形成装置 11 に有機 EL 素子本体 25 を受け渡す。

【0039】

保護膜形成装置 11 においては、仕込み室 13 を介して有機 EL 素子本体 25 を蒸着重合室 14 へ搬送し、その発光部 24 上に蒸着重合によって所定の厚さのポリ尿素膜 26 を形成する。

10

【0040】

この場合、まず、上記蒸着重合室 4 の各バルブ 45 A、45 B を閉じた状態で内部の圧力を 3×10^{-3} Pa 程度の高真空に設定し、ヒーター 44 A、44 B によって各原料モノマー A、B を所定の温度に加熱する。

【0041】

そして、各原料モノマー A、B が所定の温度に達して所要の蒸発量が得られた後に、各バルブ 45 A、45 B を開き、所定の蒸発速度で各原料モノマー A、B を上方から有機 EL 素子本体 25 上に蒸着、堆積させる。

【0042】

なお、原料モノマー A、B として、MDA と MDI を用いた場合、それぞれの蒸発速度は、化学量論比で 1 : 1 ~ 1 : 1.4 となるように制御することが好ましい。

20

【0043】

また、ホットプレート 46 によって有機 EL 素子本体 25 の温度を所定の温度に制御する。

【0044】

これにより、有機 EL 素子本体 25 の発光部 24 上に、所定の厚さのポリ尿素膜 26 a が全面成膜される (図 4 (d) 参照)。

【0045】

本発明の場合、ポリ尿素膜 26 a の厚さは特に限定されることはないが、上記バリア膜の

30

バッファ機能の観点からは、200 nm ~ 3000 nm とすることが好ましい。

その後、この有機 EL 素子本体 25 を UV 処理室 15 へ搬送する。

【0046】

UV 処理室 15 においては、所定の波長及び照度の紫外線ランプを所定時間照射して、ポリ尿素膜 26 a を架橋させる。これは、有機 EL 素子は 80 °C 以上に加熱できないので紫外線照射によって官能基を消滅させるため、また、線状高分子に比べて解重合反応が起こりにくいことを考慮して、尿素結合とイソシアナート基を反応させて三次元的ネットワークを形成するためである。

【0047】

本発明の場合、照射する紫外線の波長、照度及び照射時間は特に限定されることはないが、

40

184 ~ 354 nm、10 ~ 34 mW/cm²、10 ~ 60 分とすることが好ましい。

【0048】

そして、この紫外線照射により、バッファ層としてのポリ尿素膜 26 が形成される (図 4

(e) 参照)。

【0049】

次に、有機 EL 素子本体 25 を保護膜形成室 16 へ搬送し、ポリ尿素膜 26 上にバリア膜 (バリア層) 27 を形成する。

【0050】

本発明の場合、バリア膜 27 の材料は特に限定されることはないが、バリア能力確保の観点からは、絶縁材料又は金属材料とすることが好ましい。

50

【0051】

この場合、絶縁材料としては、 SiN_x 、 SiO_x 、 SiON 、 GeO 、 Al_2O_3 等を用いることができる。

【0052】

これらのうちでも、水蒸気バリア能力の点からは、 SiN_x 、 SiON を好適に用いることができる。

【0053】

一方、金属材料としては、 Al 、 Au 、 Ag 等を用いることができる。

これらのうちでも、コストの点からは、 Al を好適に用いることができる。

【0054】

また、バリア膜27の形成方法は特に限定されることはないが、作製プロセスの観点からは、蒸着、スパッタリング、CVDが好ましい。

これらのうちでも、量産性の点からは、スパッタリングを好適に用いることができる。

【0055】

なお、スパッタリングの場合は、 Si や Al 等をターゲットとして用いる反応性スパッタリングのほか、 N_2 ガスや O_2 ガスを反応ガスとして導入することも可能である。

【0056】

そして、このようなプロセスによって目的とする有機EL素子28が得られ(図4(f)参照)。なお、この有機EL素子28は、取出室17を介して取り出す。

【0057】

以上述べたように本実施の形態によれば、発光部24を保護するための複数の保護層として、発光部24上に設けられるポリ尿素膜26と、このポリ尿素膜26上に設けられるバリア膜27を有していることから、ガラス等による封止を行うことなく、水分の侵入を確実に防止して長寿命化を図ることができる。

【0058】

その結果、本実施の形態によれば、簡素なプロセスで、軽量かつ安価の有機EL素子を提供することができる。

【0059】

また、本実施の形態の場合、バリア層27の下にポリ尿素膜26が存在することから、バリア層27を形成する際の熱やプラズマ等の影響が有機材料層22に及ぶことがなく、蒸着、スパッタリング、CVD等によって高いバリア機能を有する保護層を形成することができる。

【0060】

さらに、蒸着重合膜はモノマー蒸気を基板上へ輸送し表面反応を利用して作製される膜で段差被覆性の優れているため、蒸着重合によりバフ層を形成した本実施の形態によれば、種々の複雑な形状の素子に対応することができる。

【0061】

【実施例】

以下、本発明の実施例を比較例とともに詳細に説明する。

【0062】

<実施例1>

以下の方法により、低分子の有機EL素子を作製し、その発光部上に種々の保護膜を形成してその寿命を調べた。

【0063】

表面にITO電極が全面成膜された基板10を準備し、フォトリソグラフィ工程によりパターンニングした。

【0064】

そして、パターンニングされたITO電極21付きの基板10を洗浄した後、この基板10を図1(a)に示す成膜装置1の仕込み取出室3にセットした。

【0065】

そして、基板 10 を前処理室 4 へ搬送し、ITO 電極 21 の表面に対して酸素プラズマを用いて前処理を行った。

【0066】

次いで、基板 10 を有機蒸着室 5 へ搬送し、有機材料層 22 として上記 NPB を用いて蒸着によって厚さ 500 nm の正孔輸送層を形成した。

【0067】

次に、基板 10 を有機蒸着室 6 へ搬送し、有機材料層 22 として上記 Alq3 を用いて蒸着によって厚さ 500 nm の発光層を形成した。

【0068】

さらに、基板 10 を電極形成室 7 へ搬送し、LiF を用いて蒸着によって厚さ 2 nm の陰極バッファ層を形成し、続いてアルミニウムを用い蒸着によって陰極バッファ層上に厚さ 300 nm のカソード電極 23 を形成した。 10

【0069】

なお、有機材料層 22、カソード電極 23 の形成はそれぞれ専用のマスクを用いて行った。

【0070】

その後、得られた有機 EL 素子本体 25 を仕込み取出室 8 へ戻した後、この仕込み取出室 8 を移動させて保護膜形成装置 11 に有機 EL 素子本体 25 を受け渡した。

【0071】

保護膜形成装置 11 においては、仕込み室 13 を介して有機 EL 素子本体 25 を蒸着重合室 14 へ搬送し、以下の蒸着重合法によって有機 EL 素子本体 25 の発光部 24 上にポリ尿素膜 26 を形成した。 20

【0072】

まず、各バルブ 45 A、45 B を閉じた状態で蒸着重合室 14 内の圧力を 3×10^{-3} Pa 程度の高真空に設定し、ヒーター 44 A、44 B によって各原料モノマー A、B を所定の温度に加熱した。

【0073】

そして、各原料モノマー A、B が所定の温度に達して所要の蒸発量が得られた後に、各バルブ 45 A、45 B を開き、所定の蒸発速度で各原料モノマー A、B を上方から有機 EL 素子本体 25 上に蒸着、堆積させる。 30

【0074】

本実施例においては、原料モノマー A として MDA を用い、原料モノマー B として MDI を用いた。

【0075】

この場合、MDA と MDI の蒸発速度が化学量論比で 1 : 1 ~ 1 : 1.4 となるように制御することが好ましく、このため本実施例では、MDA を 100℃、MDI を 60℃に加熱した。

【0076】

一方、有機 EL 素子本体 25 については、その温度が 40℃となるように恒温循環水で温度制御したフレート 46 によって制御した。 40

【0077】

これにより、有機 EL 素子本体 25 の発光部 24 上に、厚さ 500 nm のポリ尿素膜 26 a を全面成膜した。

【0078】

その後、有機 EL 素子本体 25 を UV 処理室へ搬送し、波長 254 nm、照度 20 mW/cm² の紫外線をポリ尿素膜 26 a に 10 分間照射してを架橋させた。

【0079】

次に、有機 EL 素子本体 25 を保護膜形成室 16 へ搬送してバリア膜 27 を形成した。

【0080】

本実施例においては、S iletターゲット（図示せず）を用い、チャンパー内に Ar ガスと N 50

2 ガスを導入してDCマグネトロンスパッタによってSiN_x膜を形成した。

【0081】

この場合、基板10の応力増加を防ぐため、チャンパー内の圧力を高圧(2.6Pa)又は低圧(0.2Pa)にして交互に成膜し、トータルの厚さが1μmの膜を成膜した。

【0082】

その後、このようにして得られた有機EL素子28を取出室18へ搬送して取り出した。

【0083】

本実施例の有機EL素子を、大気放置下で初期輝度300cd/m²の条件で連続発光させたところ、5000時間経過後もダークスポットの発生は認められなかった。

【0084】

また、この有機EL素子を、65℃、95%の高温高湿下に配置し、素子の劣化を調べた。

【0085】

500時間経過後、この有機EL素子に電流密度10mA/cm²の電圧を印加して発光状態を確認したところ、ダークスポットの発生は認められず良好な面状発光を保っていた。

【0086】

<実施例1A>

チャンパー内の圧力を低圧(0.2Pa)にして厚さ100~300nmのSiN_x膜を形成した以外は実施例1と同一の方法で有機EL素子を作製した。

【0087】

そして、本実施例の有機EL素子を実施例1と同一の条件で寿命を評価したところ、大気雰囲気下、高温高湿下のいずれにおいても良好な結果が得られた。

【0088】

<実施例2>

保護膜形成装置11の保護膜形成室16にCVDモジュールを設けCVD法によりバリア膜として厚さ1μmのSiN_x膜を成膜した以外は実施例1と同一の方法で有機EL素子を作製した。

【0089】

そして、本実施例の有機EL素子を実施例1と同一の条件で寿命を評価したところ、大気雰囲気下、高温高湿下のいずれにおいても良好な結果が得られた。

【0090】

<実施例3>

保護膜形成室16にAlのスパッタモジュールを設けスパッタリング法によりバリア膜として厚さ300nmのアルミニウム膜を成膜した以外は実施例1と同一の方法で有機EL素子を作製した。

【0091】

そして、実施例1と同一の条件で寿命を評価したところ、大気雰囲気下、高温高湿下のいずれにおいても良好な結果が得られた。

【0092】

<比較例1>

有機EL素子本体25の発光部24上に実施例1と同一の条件で蒸着重合によるポリ尿素膜26のみを形成して寿命評価を行った。

【0093】

その結果、高温高湿試験では、100時間後に上部Al電極が腐食して発光させることができなかった。

【0094】

このように、ポリ尿素膜26単独では高温高湿下において水分に対するバリア性が不十分であることが確認された。

【0095】

10

20

30

40

50

なお、以上の説明においては、バッファ層を蒸着重合によって形成するようにしたが、他の方法によってバッファ層を形成することも可能である。
ただし、本発明は、上述した蒸着重合によってバッファ層を形成する場合に最も効果があるものである。

【0096】

なお、上記実施例では、SiNxについて記載したが、SiON膜、SiO_x膜についても同様の効果が得られるものである。

【0097】

【発明の効果】

以上述べたように本発明によれば、発光部を保護するための複数の保護層として、発光部上に設けられるバッファ層と、このバッファ層上に設けられるバリア層を有していることから、ガラス等による封止を行うことなく、水分の侵入を確実に防止して長寿命化を図ることができる。

その結果、本発明によれば、簡素なプロセスで、軽量かつ安価の有機EL素子を提供することができる。

また、本発明の場合、バリア層の下にバッファ層が存在することから、バッファ層を形成する際の熱やプラズマ等の影響が有機材料層に及ぶことがなく、蒸着、スパッタリング、CVD等によって高いバリア機能を有する保護層を形成することができる。

一方、蒸着重合膜はモノマー蒸気を基板上へ輸送し表面反応を利用して作製される膜で段差被覆性の優れているため、バッファ層を蒸着重合により形成すれば、種々の複雑な形状の素子にも対応することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】(a)：本発明の有機EL素子の発光部を形成するための成膜装置の一例を示す概略構成図

(b)：本発明の有機EL素子の保護層を形成するための保護層形成装置の一例を示す概略構成図

【図2】本実施の形態の成膜装置に用いる蒸着重合装置の概略構成図

【図3】(a)～(c)：本発明に係る有機EL素子の製造方法の一例を示す断面図(その1)

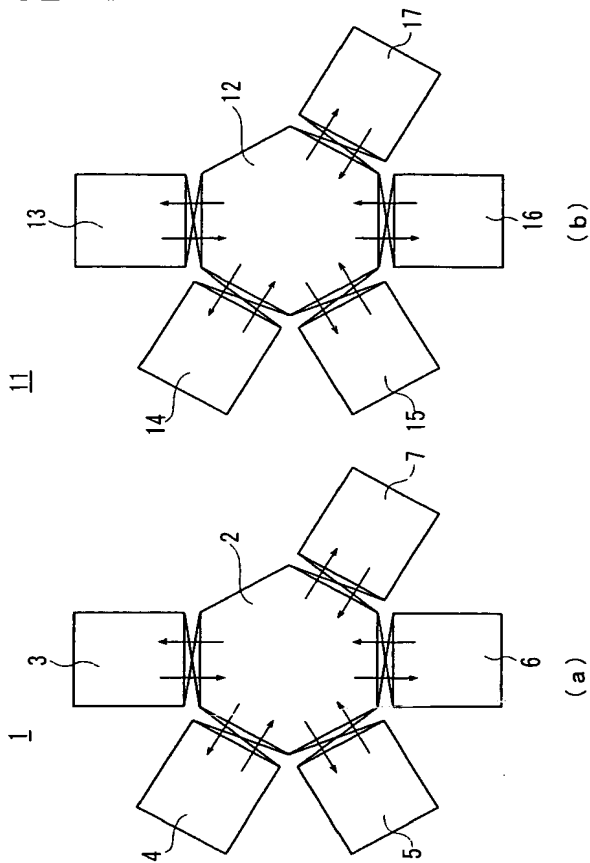
【図4】(d)～(f)：本発明に係る有機EL素子の製造方法の一例を示す断面図(その2)

【図5】ポリ尿素膜の埋め込み結果を示す断面電子顕微鏡写真

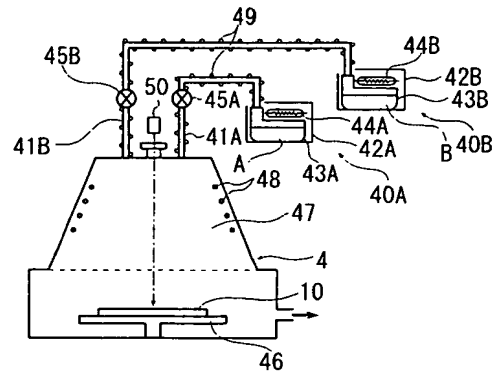
【符号の説明】

1	有機EL素子製造装置	10	基板	11	保護層形成装置	21	ITO電極	2
2	有機材料層	23	カソード電極	24	発光部	25	有機EL素子本体	26
	ポリ尿素膜(バッファ層)	27	バリア膜(バリア層)	28	有機EL素子			

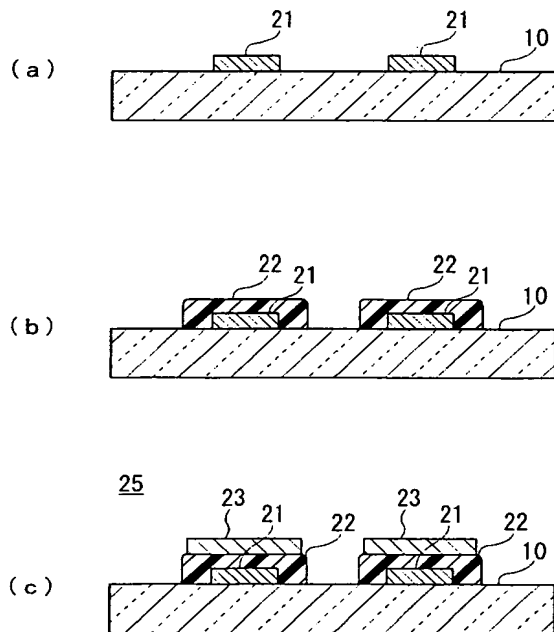
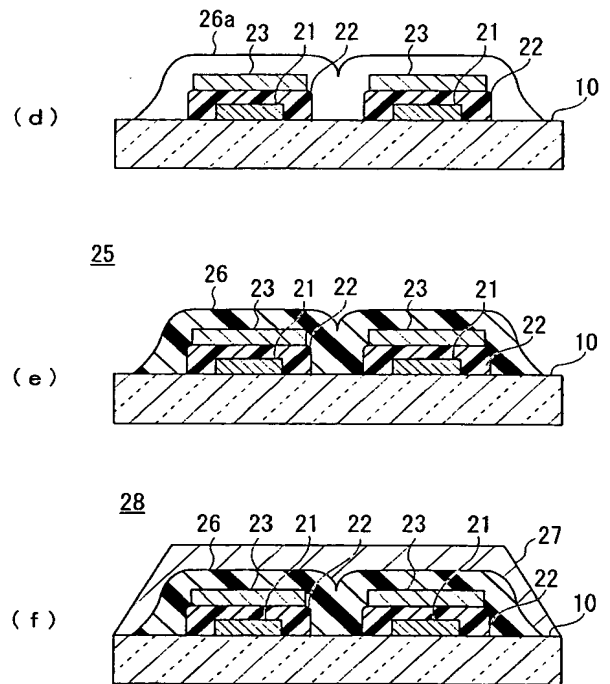
【図 1】



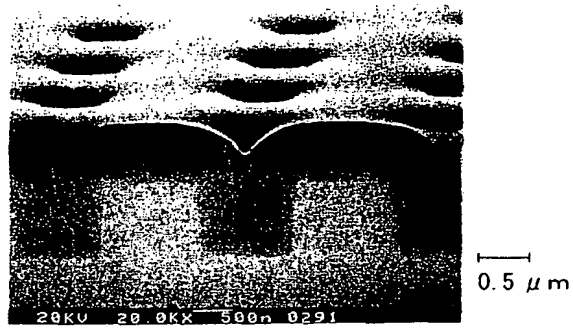
【図 2】



【図 3】

【図 4】
25

【図 5】



ホール径 : 1.25 μm
アスペクト比 : 0.85

フロントページの続き

(72)発明者 池田 智

千葉県山武郡山武町横田5 2 3 株式会社アルパック千葉超材料研究所内

(72)発明者 崎尾 進

千葉県山武郡山武町横田5 2 3 株式会社アルパック千葉超材料研究所内

(72)発明者 石橋 暁

千葉県山武郡山武町横田5 2 3 株式会社アルパック千葉超材料研究所内

Fターム(参考) 3K007 AB11 AB13 AB18 BB02 DB03 FA02

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ ~~FADED~~ TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ ~~LINES~~ OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.